Also published as:

EP1092970 (A2)

EP1092970 (A3)

EP1092970 (B1)

### **Best Available Copy**



#### Method and device for measuring the foaming properties of liquids

Patent number:

DE19949922

**Publication date:** 

2001-05-31

Inventor:

PERRIN FRANK [DE]

Applicant:

SITA MESSTECHNIK GMBH [DE]

Classification:

- international:

G01N33/00; G01N13/00; G01N27/00

- european:

G01N13/02; G01N33/14C

Application number:

DE19991049922 19991016

Priority number(s):

DE19991049922 19991016

Abstract not available for DE19949922

Abstract of corresponding document: EP1092970

Procedure uses a large number of sensors (5) distributed over the foam surface (3). The sensors are then lowered into and or raised from the sensor surface. Each contact of a sensor with the surface is measured and evaluated. The invention also relates to a device for determination of foam properties comprising a raising and lowering device (6) and electrically isolated individual sensors (5).

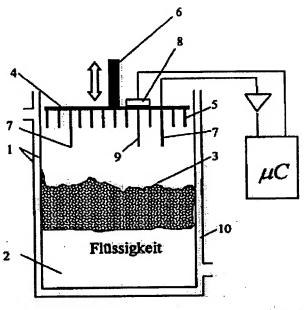


Fig. 1

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(B) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

# Patentschrift DE 199 49 922 C 1



(5) Int. Cl.<sup>7</sup>: **G 01 N 33/00** G 01 N 13/00

G 01 N 27/00



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

- (2) Aktenzeichen: 199 49 922.5-52
   (2) Anmeldetag: 16. 10. 1999
- 49 Offenlegungstag:
  - Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 31. 5. 2001

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

Patentinhaber:

SITA Messtechnik GmbH, 01217 Dresden, DE

(14) Vertreter:

Patentanwälte Ilberg und Weißfloh, 01309 Dresden

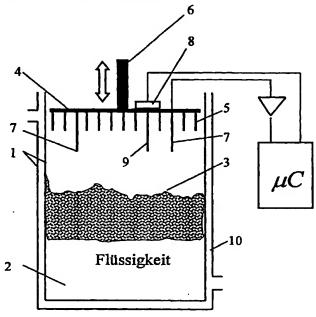
® Erfinder:

Perrin, Frank, 01900 Kleinröhrsdorf, DE

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 40 36 344 C2 DE 37 12 377 C2 DE 42 08 598 A1 DE 37 84 361 T2 EP 09 42 259 A1 EP 05 44 428 A1

- Werfahren und Vorrichtung zum Messen der Schaumeigenschaften von Flüssigkeiten
- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Messen der Schaumeigenschaften von Flüssigkeiten mit Hilfe einer Sensoranordnung, wobei eine Vielzahl flächig über der Schaumoberfläche (3) verteilter Sensoren (5) auf die Schaumoberfläche (3) definiert abgesenkt und jede Kontaktierung eines Sensors (5) mit der Schaumoberfläche (3) erfaßt und ausgewertet wird.





#### Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf Verfahren und Vorrichtung zum Messen der Schaumeigenschaften von Flüssigkeiten.

Der Messung des Schaumvermögens von Flüssigkeiten, kommt in der technischen und Lebensmittelindustrie große Bedeutung zu, um die Qualität der schäumbaren Flüssigkeiten, beispielsweise von Färb- und Reinigungslösungen, Galvanikbädern, Emulsionen, Spülmitteln, Körperpflegemitteln, aber auch z. B. im Bier usw. zu bestimmen.

Nach DIN-Norm 53 902, Teil 1 wird hierzu der Schaum durch 30 Sekunden langes Schlagen der flüssigen Probe in einem transparenten, skalierten Meßzylinder erzeugt und anschließend die Schaumhöhe nach Augenmaß abgeschätzt.

Es ist an dieser Stelle festzuhalten, daß Schaum keineswegs eine ebene Oberfläche bildet, sondern insbesondere an den Rändern eines Gefäßes beträchtlich vom übrigen Niveau-Mittelwert abweichen kann und auch sonst über seine Oberfläche verteilt Schaumberge und Schaumsenken ausbildet. Das Ablesen ist damit weitgehend abhängig von subjektiven Faktoren und eignet sich in keiner Weise für eine Automatisierung.

Auch nach DE 197 40 095 A1 wird die Schaumhöhe abgelesen, wobei der Schaum durch Rühren mittels eines speziellen Rührers bei vorgegebener Drehzahl und Rührzeit erzeugt wird.

Nach der DE 40 36 344 C2 wird der Schaum einer Probe durch Umwälzen der Probe in einem doppelwandigen Gefäß über eine externe Umwälzpumpe erzeugt, indem beim Aufprallen eines dünnen Flüssigkeitsstrahls auf eine Prallplatte 30 die Flüssigkeit intensiv verwirbelt und verschäumt wird. Mit Hilfe einer auf dem Schaum gelagerten Höhensensorplatte und deren Positionsfeststellung kann die Schaumhöhe gemessen werden, wobei das Gewicht der Höhensensorplatte mittels eines elektrischen Antriebsmotors geregelt 35 kompensiert wird, damit nur ein der Festigkeit des Schaumes angepaßtes Restgewicht der Höhensensorplatte wirksam bleibt. Zur kontinuierlichen Messung der Höhensensorplattenposition dient ein inkrementaler Winkelgeber auf der Achse des elektrischen Antriebs, der die Winkelposition der 40 das Tragseil für die Höhensensorplatte aufwickelnden Seilführungsscheibe auf der Antriebsachse bestimmt. Ein angeschlossener Rechner kann die Schaumzerfallphase automatisch aufzeichnen. Neben dem hohen Meßaufwand ist als entscheidender Nachteil dieser Meßmethode zu nennen, daß 45 die Höhensensorplatte einen nicht unerheblichen Einfluß auf die Schaumoberfläche ausübt, indem mehr oder weniger Schaumbläschen zerstört werden, wodurch der Schaum weitaus schneller zerfällt als ohne mechanische Beeinträchtigung durch die Höhensensorplatte. Ist die Höhensensor- 50 platte etwa querschnittsgleich mit der Schaumoberfläche, verfälschen wiederum die Randzonen das Meßergebnis, ist die Höhensensorplatte hingegen dementsprechend kleiner als die Schaumoberfläche, so gibt es Zonen, die von der Höhensensorplatte beeinträchtigt werden und Zonen, bei denen 55 sich der Schaum unbeeinträchtigt halten kann.

Nach DE 37 12 377 C2 wird der Schaum mit vorgegebener Drehzahl eines Rührers in einem Meßzylinder erzeugt, der in einem Becher für die Meßflüssigkeit hängt. Als Meßeinrichtung dient eine Elektrode, die im Meßzylinder oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in der Schaumdecke angeordnet ist und mit einer Gegenelektrode am Grunde des Bechers zusammenarbeitet. Legt man an die beiden Elektroden eine elektrische Spannung an, so fließt nur dann ein Strom, wenn oberhalb des Flüssigkeitsspiegels die Schaumdecke den Stromkreis schließt. Bricht die Schaumdecke nach ihrer Erzeugung soweit zusammen, daß kein Kontakt mehr zwischen der Schaumdecke und der oberen Elektrode besteht,

so wird der Stromkreis unterbrochen. Die Zeit, in der zwischen den beiden Elektroden ein Strom fließt, kann als Maß für die Tensidkonzentration dienen.

Diese einfache Meßvorrichtung setzt voraus, daß die Meßflüssigkeit eine gewisse elektrische Leitfähigkeit besitzt, was in den meisten praktich vorkommenden Fällen zutrifft. Allerdings ist es mit vorgenannter Meßeinrichtung nicht möglich, das maximal ausgebildete Schaumvolumen zu messen, da die Schaumentwicklung bis über die obere Elektrode erfolgt.

Aus der DE 42 08 598 A1 ist es auch schon bekannt, zwei Elektroden in gleicher Höhe in einem Behälter fest zu installieren, wobei über beide Elektroden bei Schaumbildung oder steigendem Flüssigkeitspegel getrennte Stromkreise mit unterschiedlich großen Bürden in den Meßkreisen geschlossen werden. Hierdurch kann detektiert werden, ob nur der Schaum oder auch die Flüssigkeit einen vorgegebenen Pegel überschritten haben, da der ohmsche Widerstand über die Schaumschicht ungleich größer als durch die tensidhaltige Flüssigkeit ist.

Nach der EP 0 240 432 A2 wird die Schaumhöhe von Bier von einer seitlich aufgestellten Kamera beobachtet und nach der EP 0 544 428 A1 das Schaumverhalten schäumender Flüssigkeiten, wie beispieslweise Bier, über eine seitlich angeordnete Kamera zu erfaßt und ausgewertet. Hierdurch läßt sich die Schaumhöhe und der Zerfasllsprozeß des Schaumes beobachten, jedoch ist kein exaktes Bild von der Schaumoberfläche zu erlangen.

Aus der EP 0 942 259 A1 ist ein kapazitiver Abstandssensor bekannt, wobei auf einer Platte eine Vielzahl von in Reihen und Spalten angeordneter, flächiger, kapazitiver Einzelsensoren verschaltet sind und der Gegenpol z. B. vom Finger einer menschlichen Hand gebildet wird. Auf diese Weise läßt sich vorzugsweise ein Fingerabdruck auf einen Datenträger einscannen, wobei der Finger unmittelbar auf das kapazitive Array gedrückt wird. Andere Anwendungen des kapazitiven Abstandssensors betreffen die Druckmessung, Entfernungsmessung, Rauhigkeitsmessung oder Dehnungsmessung. Aufgrund seines Wirkprinzips eignet sich der Sensor jedoch nur für Anwendungen im Mikrometerbereich und nicht in größeren Bereichen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Einrichtung zum Messen der Schaumeigenschaften einer Flüssigkeit zu schaffen, wobei neben einer Automatisierung insbesondere das exakte Messen des Schaum-Oberflächenprofils und/oder der Schaumhöhe einer aufgeschäumten Flüssigkeit im Vordergrund steht.

Die Aufgabe wird durch ein Verfahren nach Anspruch 1 oder 2 gelöst. Eine Vorrichtung zum Messen gibt Anspruch 4 an. Anwendungen und vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung geben die begleitenden Unteransprüche 3 und 5-14 an.

Durch die Erfindung werden sämtliche subjektive Meßfehler ausgeschlossen, da die Erfassung des Schaumoberflächenprofils bzw. der Schaumhöhe vollautomatisch und mit praktisch beliebig wählbarer Genauigkeit erfolgt. Zugleich wird mit der Automatisierung ein wesentlicher Einsparungseffekt erzielt, der insbesondere bei kontinuierlich zu messenden Prozeßverhältnissen sich positiv auf die Wirtschaftlichkeit auswirkt.

Die Erfindung soll anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung zeigt: Fig. 1 eine Prinzipdarstellung einer Meßeinrichtung im Schnitt und

Fig. 2 eine Prinzipdarstellung einer Meßelektrodenanordnung in der Draufsicht.

Es sei vorangestellt, daß die Eigenschaften eines Schaumes wesentlich von der Art und Weise der Schaumerzeu-

gung abhängen. Wird der Schaum beispielsweise durch Rühren der Flüssigkeit in einem Gefäß erzeugt, so hängt die Menge und die Konsistenz des gebildeten Schaumes außer von z. B. der Tensidkonzentration auch von der Drehzahl eines Rührers, der oder den Rührzeiten, der Geometrie des Rührers, der Geometrie des Meßgefäßes, der Temperatur der Flüssigkeit u. a. ab. Sofern diese äußeren Randbedingeungen zur Reproduzierbarkeit der Bestimmung der Schaumeigenschaften unverändert beibehalten werden, hängen die Eigenschaften des gebildeten Schaumes nur noch vom Schaumbildungsvermögen ab und es ist unerheblich, auf welche Weise der Schaum letztlich konditioniert wird.

Fig. 1 zeigt im Schnitt einen doppelwandigen Meßzylinder 1 mit einer vorgegebenen Menge von Meßflüssigkeit 2, die nach einem beliebigen, reproduzierbaren Verfahren aufgeschäumt ist. Einzelheiten einer Verschäumungsvorrichtung können deshalb zwecks besserer Übersichtlichkeit weggelassen werden.

Über der in aller Regel unebenen Schaumoberfläche 3 befindet sich eine Tragplatte 4 mit einer Vielzahl gleichlanger 20 elektrisch gegeneinander isolierter Elektroden 5 als Sensoren. Die Tragplattte 4 ist mit einer nicht näher dargestellten automatischen Absenkeinrichtung 6 verbunden. Beim Absenken der Tragplatte 4 werden die Elektroden 5 mit dem Schaum kontaktieren und zwar je nach der Höhe des 25 Schaums genau unterhalb jeder Elektrode 5. So wird eine Elektrode 5 zuerst, das heißt im weitesten Abstand zur Flüssigkeitsoberfläche bzw. einem beliebig anderen Bezugspunkt, mit der Schaumoberfläche 3 in Berührung kommen, dann nacheinander weitere und letztlich alle. Dementspre- 30 chend werden Stromkreise über jede einzelne Elektrode 5 und eine Auswerteeinrichtung (Mikrocomputer) zu mindestens einer Gegenelektrode 7 geschlossen, die beispielsweise ebenfalls auf der Tragplatte 4 angeordnet ist und aufgrund ihrer Erstreckung zuerst mit dem Schaum kontaktiert. 35 Die Zeitverzögerung oder der unterschiedliche Weg der Elektroden 5 bis zur Erstberührung der Schaumoberfläche 3 werden in dem Mikrorechner µC erfaßt, ausgewertet und ausgegeben bzw. abrufbar gespeichert. Im Ergebnis ist damit das genaue Oberflächenprofil und damit die Oberflä- 40 chenbeschaffenheit der Schaumoberfläche 3 und hieraus bei Bedarf ein statistischer Mittelwert für die Schaumhöhe ablesbar, bzw. als Stell- oder Regelgröße für automatische Zudosierungsprozesse von Tensiden o. ä. Zusätzen weiterver-

Um den Aufbau der Vorrichtung und die Auswertung der Signale von den Elektroden 5 zu vereinfachen, werden alle Anschlüsse der Elektroden 5 auf einen z. B. 300 Hz-Multiplexer 8 mit 16 Abgängen gegeben, der zweckmäßigerweise ebenfalls auf der Tragplatte sitzt und die Elektroden 5 nacheinander im Takt nach Kontaktierungen mit der Schaumoberfläche 3 abfragt. Die Signale werden verstärkt dem Eingang des Mikrorechners µC zugeführt, der auch den Multiplexer steuert. Es versteht sich, daß bei gößeren Schaumoberflächen mehr als ein Multiplexer eingesetzt werden 55 kann.

Außerdem sitzt auf der Tragplatte 4 ein Temperaturfühler 9, der für eine reproduzierbare Temperatur des Meßschaumes im Zusammenhang mit einer nicht näher beschriebenen Temperaturregelungsschaltung sorgt, die Einfluß auf ein 60 Temperierungsmedium 10 nimmt, das über den Ein- und Auslaß des doppelwandigen Meßzylinders 1 zirkuliert.

In Fig. 2 ist eine Tragplatte 4 mit Elektroden 5, Gegenelektroden 7 und einem Temperaturfühler 9 stark schematisiert in der Draufsicht dargestellt. Die Elektroden 5 sind in einem Raster angeordnet, hier in karthesischen Koordinaten. Ebenso könnte das Raster für insbesondere zylindrische Meßgefäße Polarkoordinaten folgen oder nach Art von Bie-

nenwaben ausgeführt seine as Raster hat die Funktion, die Koordinaten einer jeden Elektrode 5 besonders einfach zu verarbeiten. Es versteht sich, daß ein Mikroprozessor auch jede andere Verteilung der Elektroden 5 auf der Elektrodenplatte 4 verarbeiten kann. Praktisch haben sich wenige Gegenelektroden 7 als ausreichend erwiesen, jedoch kann auch jeder Elektrode 5 eine Gegenelektrode 7 zugewiesen sein.

Die Anzahl der Elektroden 5 ist sehr klein gegenüber der Anzahl der Schaumbläschen auf der Schaumberfläche. Somit verfälschen die bei einer Kontaktierung zerstörten Bläschen nicht signifikant das Meßergebnis. Andererseits sind so viele Elektroden auf der Tragplatte 4 angeordnet, daß sich ein sehr gutes Bild über die Oberflächenstruktur des Schaumes erstellen läßt. Die Flächenauflösung (Anzahl der Elektroden/Flächeneinheit) ist u. a. von der Art des Schaums und seiner Erzeugung abhängig. In der Praxis erweisen sich kleiner 1 bis 5 Elektroden pro cm² Meßoberfläche als durchaus befriedigend.

Die Größe der Absenkschritte der Trägerplatte 4 bestimmt gemeinsam mit der Flächenauflösung die räumliche Auflösung der Messung. Im allgemeinen ist eine Höhenabsenkung in 0,5 mm- bis 2 mm-Schritten ausreichend, um die Schaumoberfläche abzutasten.

Die Tragplatte 4 kann die gesamte Schaumoberfläche 3 überdecken, also auch die kritischen Wandungsbereiche, in denen der Schaum aufgrund von Grenzflächeneffekten beträchtlich höher oder unter Umständen auch tiefer steht als weiter im Inneren des Gefäßes, da der Wandungsbereich rechnerisch berücksichtigt werden kann, sie kann aber auch einen etwas kleineren Flächeninhalt haben.

Die Tragplatte 4 mit den Elektroden 5 kann auch zunächst soweit abgesenkt werden, daß alle Elektroden 5 im Schaum eingesetzt sind und anschließend jeder Kontaktverlust einer Elektrode 5 mit der Schaumoberfläche über einen definierten Aufwärtshub der Elektroden 5 für sich erfaßt und ausgewertet werden.

Das vorgestellte Verfahren und die vorgenannte Einrichtung eignen sich beispielsweise für die Ermittlung statischer Schaumoberflächen, daß heißt, es wird angenommen, daß sich die Schaumoberfläche innerhalb der Meßzeit nicht wesentlich verändert. Dies ist bei vielen Schäumen der Fall.

Das Verfahren kann ebenso für eine dynamische Oberflächenmessung von Schäumen herangezogen werden, indem mehrere Messungen mit jeweils aufs Neue abgesenkter Tragplatte 4 in bestimmten Zeitintervallen erfolgen, oder die Tragplatte 4 wird soweit abgesenkt, bis alle Elektroden 5 mit dem Schaum in Berührung stehen und der Zeitpunkt erfaßt, an dem die Kontakte abreißen. Daraus läßt sich jeweils der Zerfallsprozeß des Schaums ableiten.

Weiterhin eignet sich das Verfahren und die Vorrichtung für Maximum-Minimum-Messungen der Schaumoberfläche.

#### Patentansprüche

- 1. Verfahren zum Messen der Schaumeigenschaften von Flüssigkeiten mit Hilfe einer Sensoranordnung, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vielzahl flächig über einer Schaumoberfläche (3) verteilter Sensoren (5) auf die Schaumoberfläche (3) definiert abgesenkt wird und jede Kontaktierung eines Sensors (5) mit der Schaumoberfläche (3) für sich erfaßt und ausgewertet wird
- 2. Verfahren zum Messen der Schaumeigenschaften von Flüssigkeiten mit Hilfe einer Sensoranordnung, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vielzahl flächig über einer Schaumoberfläche (3) verteilter Sensoren (5) in den Schaum eingesetzt wird und jeder Kontaktverlust

eines Sensors (5) mit der Schaumoberfläche (3) über die Zeit und/oder einen definierten Aufwärtshub der Sensoren (5) für sich erfaßt und ausgewertet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Absenken bzw. das Heben der Sensoren (5) schrittweise erfolgt.

- 4. Vorrichtung zum Messen der Schaumeigenschaften von Flüssigkeiten mit Hilfe einer Sensoranordnung, insbesondere für ein Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Tragplatte (4) mit 10 einer Vielzahl von flächig über einer zu messenden Schaumoberfläche (3) einer aufgeschäumten Flüssigkeit verteilten, nadelförmigen, vertikal ausgerichteten und gegeneinander elektrisch isolierten Elektroden (5) versehen ist und mittels einer automatischen Senk- 15 /Hebe-Einrichtung (6) in bezug zur Schaumoberfläche (3) der in einem Meßgefäß (1) befindlichen Flüssigkeit (2) absenkbar, hebbar oder feststellbar ist, wobei jede einzelne Kontaktierung/Dekontaktierung eines Sensors (5) mit der Schaumoberfläche (3) automatisch erfaßbar 20 und zur Bestimmung des Schaumoberflächenprofils und/oder der Schaumhöhe auswertbar ist.
- 5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden (5) in einem Raster angeordnet sind.
- 6. Vorrichtung nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Anzahl der Elektroden (5) auf der Tragplatte (4) wesentlich kleiner als die Anzahl der Oberflächenbläschen ist.
- 7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekenn- 30 zeichnet, daß die Anzahl der Elektroden (5) auf der Tragplatte (4) zwischen kleiner 1 und 5 je cm<sup>2</sup> Meßoberfläche beträgt.
- 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden (5) gleich- 35 lang sind.
- 8. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Tragplatte (4) mindestens eine Gegenelektrode (7) angeordnet ist und die Gegenelektrode(n) (7) länger als die Elektroden (5) ist/sind.
- 10. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Meßgefäß (1) temperiert ist.
- 11. Vorrichtung nach Anspruch 4 und 10, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Tragplatte (4) ein Temperaturfühler (9) angeordnet ist.
- 12. Vorrichtung nach mindestens einen der vorstehenden Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Tragplatte (4) ein Multiplexer (8) sitzt, der den Zustand der Elektroden (5) zeitlich zueinander versetzt an einen Mikrorechner sendet.
- 13. Verwendung einer Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 4 bis 12 zur dynamischen Messung der Schaumeigenschaften einer Flüssigkeit.
- 14. Verwendung einer Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 4 bis 12 zur statischen Messung 55 der Schaumeigenschaften einer Flüssigkeit.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

60

Œ

- Leerseite -

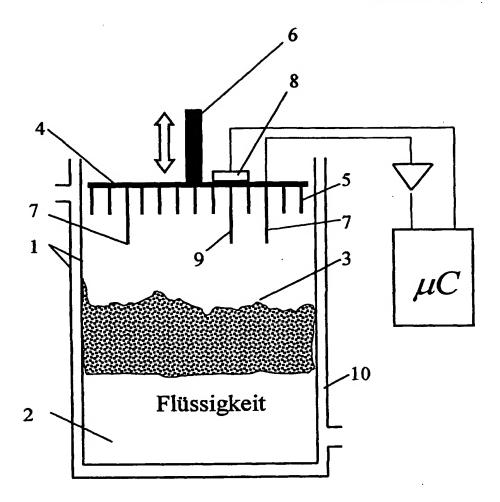


Fig. 1

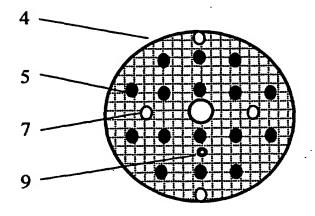


Fig. 2

### THIS PAGE BLANK (USPTO)

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:
☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

## LETHISAPAGE BLANKQUE FOR